

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



وزارت علوم تحقیقات و فناوری  
دانشگاه تربیت معلم آذربایجان  
دانشکده‌ی علوم پایه  
گروه شیمی

پایان نامه‌ی مقطع کارشناسی ارشد  
رشته‌ی شیمی گرایش تجزیه

عنوان:

کاربرد هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای به عنوان نانوجاذب در استخراج با فاز  
جامد اکسی‌آنیون‌ها

استاد راهنما:

دکتر حسین عبدالمحمدزاده

استاد مشاور:

دکتر حبیب رزمی

پژوهشگر:

کیوان تاوکید

مهر ۹۰

تبریز - ایران

## تشکر و قدردانی

با تقدیر و تشکر از:

- جناب آقای دکتر حسین عبدالمحمدزاده که در مسیر این پایان نامه مرا راهنمایی فرمودند.
- جناب آقای دکتر حبیب رزمی که مشاوره این پایان نامه را بر عهده داشته‌اند.
- جناب آقای دکتر بیوک حبیبی که زحمت مطالعه و داوری این پایان نامه را تقبل نموده‌اند.
- جناب آقای دکتر محمد قلعه‌اسدی مدیر گروه محترم گروه شیمی که مقدمات دفاع از این پایان نامه را فراهم نمودند.
- کلیه اساتید گروه شیمی که از محضر علمی ایشان بهره‌مند شده‌ام.
- از دوستان عزیزم در آزمایشگاه‌های تحقیقاتی تجزیه، آلی، معدنی و شیمی فیزیک بخصوص آقایان غلامحسین صادقی، علی‌اکبر خاتمی، رحیم محمدرضائی، مجتبی جهانبخشی، حسن حیدری، مهدی موسوی و ورودی‌های شیمی ۸۷ و ۸۸ دانشگاه تربیت معلم آذربایجان.

**تقدیم به:**

**مادر مهربان و دلسوزم و روح پدر بزرگوارم**

## چکیده:

در بخش اول این کار پژوهشی، یک روش نوین استخراج با فاز جامد (SPE) بر پایه کاربرد نانوجاذب هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای نیکل-آلومینیوم-زیرکونیم [Ni-Al-Zr (NO<sub>3</sub>) LDH]، جهت استخراج و پیش‌تغلیظ مقادیر در حد آثار از اکسی‌آنیون‌یاداد در نمونه‌های حقیقی گوناگون قبل از مرحله اندازه‌گیری توسط اسپکتروفتومتری (UV-Vis) پیشنهاد شده است. عوامل موثر در استخراج با فاز جامد مورد مطالعه قرار گرفته‌اند و اثر عواملی نظیر نوع آنیون بین لایه‌ای، مقدار نانوجاذب، نوع و غلظت حلال شویشی، حجم حلال شویشی، اثر دما، اثر سرعت جریان و حجم عبوری نمونه به کمک اسپکتروفتومتری، بررسی و بهینه گردیده‌اند. روش پیشنهاد شده یک روش ساده، سریع، و سازگار با محیط زیست می‌باشد. محدوده‌ی خطی نمودار معیارگیری روش در گستره  $0.2-2.8 \mu\text{g mL}^{-1}$  خطی بود. حد تشخیص و فاکتور تغلیظ روش به ترتیب برابر  $0.12 \mu\text{g mL}^{-1}$  و ۲۰ بودند.

در قسمت دوم کار پژوهشی، استخراج با فاز جامد بر پایه نانوجاذب هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای نیکل-آلومینیوم [Ni-Al (NO<sub>3</sub>) LDH] جهت پیش‌تغلیظ و گونه‌شناسی Cr(III)/Cr(VI) در نمونه‌های آبی، قبل از اندازه‌گیری با اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای (FAAS) پیشنهاد شده است. در این قسمت نیز عوامل موثر در استخراج با فاز جامد ذکر شده در بالا، بررسی و بهینه شده‌اند. روش پیشنهادی ساده، حساس، دقیق و تکرارپذیر می‌باشد. نمودار معیارگیری در محدوده-ی  $1-100 \mu\text{g L}^{-1}$  خطی بود. حد تشخیص روش و فاکتور تغلیظ به ترتیب  $0.51 \mu\text{g L}^{-1}$  و ۱۰۰ بدست آمدند.

## فصل اول: هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای و استخراج با فاز جامد

۱	۱-۱- مقدمه
۱	۱-۱-۱- تاریخچه فناوری نانو
۲	۱-۱-۲- کاربردهای فناوری نانو
۳	۱-۱-۳- فناوری نانو و شیمی
۳	۱-۲- استخراج با فاز جامد (SPE)
۴	۱-۲-۱- مراحل انجام استخراج با فاز جامد
۴	۱-۲-۱-۱- مرحله‌ی آماده‌سازی
۵	۱-۲-۱-۲- مرحله‌ی جذب آنالیت بر روی فاز جامد
۵	۱-۲-۱-۳- مرحله‌ی شویش
۶	۱-۲-۱-۴- مرحله‌ی شویش آنالیت جذب شده
۷	۱-۲-۲- عوامل موثر در استخراج با فاز جامد
۷	۱-۲-۲-۱- سرعت عبور محلول از ستون
۷	۱-۲-۲-۲- نوع حلال شویشی
۸	۱-۲-۲-۳- pH نمونه در هنگام ورود به ستون
۸	۱-۲-۲-۴- حجم جذب و واجدبی نمونه
۸	۱-۲-۳- ویژگی‌های فاز جامد در استخراج با فاز جامد
۹	۱-۲-۴- انواع فازهای جامد

- ۹-۳-۱- هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای (LDHs) ۹
- ۱۱-۳-۱- تاریخچه هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای ۱۱
- ۱۲-۳-۱- ترکیبات لایه‌ای ۱۲
- ۱۳-۳-۱- ترکیب و ساختار هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای ۱۳
- ۱۴-۳-۱- فاصله‌ی بین لایه‌ای LDHها ۱۴
- ۱۵-۳-۱- ترتیب انباشتگی در LDHها ۱۵
- ۱۶-۳-۱- آنیون‌های مورد استفاده در تهیه LDHها ۱۶
- ۱۷-۳-۱- کاتیون‌های ۲ و ۳ ظرفیتی مورد استفاده برای تهیه LDHها ۱۷
- ۱۸-۳-۱- تهیه LDHها ۱۸
- ۱۸-۳-۱- روش هم‌رسوبی ۱۸
- ۱۹-۳-۱- تکنیک‌های مورد استفاده برای شناسایی LDHها ۱۹
- ۱۹-۳-۱- پراش اشعه ایکس (XRD) ۱۹
- ۲۰-۳-۱- طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR) ۲۰
- ۲۰-۳-۱- آنالیز گرمایی (DTA / TGA / DSC) ۲۰
- ۲۱-۳-۱- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ۲۱
- ۲۱-۳-۱- میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) ۲۱
- ۲۳-۳-۱- کاربردهای LDHها ۲۳
- ۲۳-۳-۱- جذب سطحی اکسی‌آنیون‌ها بر روی LDHها ۲۳

۲۴	۱-۳-۱۲- عوامل موثر بر جذب اکسی‌آنیون‌ها بر روی LDHها
۲۴	۱-۳-۱۲-۱- pH
۲۵	۱-۳-۱۲-۲- آنیون‌های رقابتی
۲۵	۱-۳-۱۲-۳- دما
۲۵	۱-۳-۱۲-۴- طبیعت فلزات موجود در LDHها
۲۶	۱-۳-۱۲-۵- بار لایه و بار آنیون داخل لایه
۲۶	۱-۳-۱۲-۶- اندازه ذرات LDH
۲۶	۱-۳-۱۲-۷- تکلیس و اثر حافظه
۲۷	۱-۴-۱- اکسی‌آنیون‌یدات
۲۷	۱-۵-۱- اکسی‌آنیون کرومات
۲۸	۱-۶-۱- هدف کار حاضر

### فصل دوم: مواد و روش‌ها

۲۹	۲-۱-۱- دستگاه‌ها
۳۸	۲-۲-۱- شرایط دستگاہی
۳۸	۲-۳-۱- محلول‌ها
۳۸	۲-۳-۱-۱- محلول‌های مادر آنالیت‌ها
۴۱	۲-۳-۲- محلول سدیم یدید



۴۱	۲-۳-۳- محلول هیدروکسیل آمونیوم کلراید
۴۱	۲-۳-۴- محلول هیدروژن پروکسید
۴۱	۲-۳-۵- محلول بافر استات
۴۲	۲-۳-۶- محلول اسیدی و بازی
۴۲	۲-۳-۷- سایر محلول‌ها
۴۲	۲-۴- آماده‌سازی ستون
۴۳	۲-۵- تهیه جاذب
۴۳	۲-۵-۱- سنتز نانوجاذب هیدروکسید دوگانه‌ی لایه‌ای Ni-Al-Zr (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) LDH
۴۴	۲-۵-۲- سنتز هیدروکسید دوگانه‌ی لایه‌ای Ni-Al (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) LDH
۴۵	۲-۶- روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری آنالیت‌ها
۴۵	۲-۶-۱- روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری آنیون‌یدات
۴۵	۲-۶-۲- روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری یون‌های کروم (III) و کروم (VI)
۴۵	۲-۶-۲-۱- اندازه‌گیری کروم (VI)
۴۶	۲-۶-۲-۲- اندازه‌گیری کروم (III)
۴۷	۲-۷- آماده‌سازی نمونه‌های حقیقی
۴۷	۲-۷-۱- آب
۴۷	۲-۷-۲- نمونه نمک
۴۸	۲-۷-۳- نمونه‌های شیرخشک معمولی و نمونه استاندارد شیر خشک بدون چربی

## فصل سوم: بحث و نتایج

- ۴۹ ۱-۳-۱- روش استخراج با فاز جامد بر پایه LDHها در استخراج و پیش تغلیظ اکسی آنیون یدات
- ۴۹ ۱-۳-۱-۱- ویژگی‌های جاذب به کار برده شده در استخراج با فاز جامد یدات
- ۵۰ ۱-۳-۱-۱-۱- بررسی پراش اشعه‌ی X مربوط به  $\text{Ni-Al-Zr (NO}_3^-) \text{LDH}$
- ۵۱ ۱-۳-۱-۱-۲- بررسی تصویر SEM مربوط به  $\text{Ni-Al-Zr (NO}_3^-) \text{LDH}$
- ۵۳ ۱-۳-۱-۱-۳- بررسی طیف FT-IR مربوط به  $\text{Ni-Al-Zr (NO}_3^-) \text{LDH}$
- ۵۴ ۱-۳-۱-۲- بهینه‌سازی شرایط استخراج با فاز جامد
- ۵۵ ۱-۳-۱-۲-۱- اثر نوع آنیون بین لایه‌ای در LDHها
- ۵۵ ۱-۳-۱-۲-۲- اثر مقدار نانو جاذب
- ۵۶ ۱-۳-۱-۲-۳- اثر pH
- ۵۶ ۱-۳-۱-۲-۴- اثر نوع شوینده
- ۵۷ ۱-۳-۱-۲-۵- اثر غلظت شوینده
- ۵۹ ۱-۳-۱-۲-۶- اثر حجم شوینده
- ۵۹ ۱-۳-۱-۲-۷- اثر دما
- ۶۰ ۱-۳-۱-۲-۸- اثر سرعت جریان بارگزاری نمونه و شویش ستون
- ۶۰ ۱-۳-۱-۲-۹- حجم نمونه و فاکتور پیش تغلیظ
- ۶۱ ۱-۳-۱-۲-۱۰- ظرفیت جذب جاذب انتخابی
- ۶۲ ۱-۳-۱-۲-۱۱- بررسی احیای دوباره و پایداری ستون استخراج با فاز جامد بعد هر بار استفاده

- ۶۲ ۳-۱-۲-۱۲- بهینه کردن شرایط اندازه‌گیری آنیون یدات توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر
- ۶۳ ۳-۱-۲-۱۲-۱- اثر نوع کاهنده در اندازه‌گیری کمی یدات
- ۶۳ ۳-۱-۲-۱۲-۲- اثر غلظت کاهنده در اندازه‌گیری کمی یدات
- ۶۴ ۳-۱-۲-۱۲-۳- اثر نوع اسید و غلظت آن در اندازه‌گیری کمی یدات
- ۶۵ ۳-۱-۲-۱۲-۴- اثر زمان بر اندازه‌گیری کمی یدات
- ۶۶ ۳-۱-۳- ویژگی‌های تجزیه‌ای روش
- ۶۸ ۳-۱-۴- اثر یون‌های مزاحم
- ۶۹ ۳-۱-۵- اندازه‌گیری یدات در نمونه‌های حقیقی با استفاده از روش پیشنهادی
- ۷۰ ۳-۱-۶- بررسی صحت روش
- ۷۱ ۳-۱-۷- مقایسه‌ی روش پیشنهادی با سایر روش‌های استخراج
- ۲-۳- استخراج با فاز جامد بر پایه نانوجاذب  $\text{Ni-Al}(\text{NO}_3^-)\text{LDH}$  در استخراج و پیش‌تغلیظ کرومات در نمونه‌های آبی
- ۷۴ ۳-۲-۱- ویژگی‌های جاذب به کار رفته در استخراج با فاز جامد کرومات
- ۷۵ ۳-۱-۱-۲- بررسی پراش اشعه‌ی X مربوط به  $\text{Ni-Al}(\text{NO}_3^-)\text{LDH}$
- ۷۵ ۳-۲-۱-۲- بررسی تصویر SEM مربوط به  $\text{Ni-Al}(\text{NO}_3^-)\text{LDH}$
- ۷۶ ۳-۱-۲-۳- بررسی طیف FT-IR مربوط به  $\text{Ni-Al}(\text{NO}_3^-)\text{LDH}$
- ۷۷ ۳-۲-۲- بهینه‌سازی شرایط استخراج با فاز جامد کرومات
- ۷۷ ۳-۲-۲-۱- اثر دیگر هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای در استخراج کرومات

۷۸	۳-۲-۲-۲- اثر مقدار جاذب استخراج گر
۷۹	۳-۲-۲-۳- اثر pH
۷۹	۳-۲-۲-۴- اثر نوع حلال شویشی
۸۰	۳-۲-۲-۵- اثر غلظت حلال شویشی
۸۱	۳-۲-۲-۶- اثر حجم حلال شویشی
۸۲	۳-۲-۲-۷- اثر دما
۸۲	۳-۲-۲-۸- اثر سرعت جریان عبور نمونه و حلال شویشی
۸۳	۳-۲-۲-۹- حجم نمونه و فاکتور پیش تغلیظ
۸۴	۳-۲-۳- ویژگی های تجزیه ای روش
۸۶	۳-۲-۴- اثر یون های مزاحم
۸۷	۳-۲-۵- اندازه گیری کروم(VI) و کروم(III) در نمونه های آبی با استفاده از روش پیشنهادی
	۳-۲-۶- مقایسه ی بین ویژگی های تجزیه ای روش پیشنهادی با سایر روش های استخراج و اندازه گیری
۸۸	کروم(VI) و کروم(III)
۹۱	نتیجه گیری
۹۳	پیشنهادات برای کارهای جدید
۹۴	منابع

فصل اول

هیدروکسیدهای دوگانه‌ی لایه‌ای

و

استخراج با فاز جامد

## ۱-۱- مقدمه

فناوری نانو واژه‌ای است کلی که به تمام فناوری‌های پیشرفته در عرصه کار با مقیاس نانو اطلاق می‌شود و در شیمی به معنی قرار دادن اتم‌ها یا مولکول‌ها کنار یکدیگر برای تشکیل مواد، ابزار یا وسایلی در محدوده‌ی ۱ نانومتر تا ۱۰۰ نانومتر می‌باشد. در فناوری نانو انسان دست در ساختار ماده برده و به هر نحو دلخواه اتم‌ها را در کنار هم قرار می‌دهد که این ترتیب خاص قرار گرفتن اتم‌ها در کنار هم، خواص ماده حاصل را تعیین می‌کند. امروزه فناوری نانو یکی از گرایش‌های خیلی مهم در علوم است که به عنوان یکی از فناوری‌های کلیدی در قرن اخیر مطرح شده است. این فناوری تمام علوم اعم از شیمی، فیزیک، کوانتوم، بیوشیمی، بیولوژی، پزشکی و... را در بر می‌گیرد.

## ۱-۱-۱- تاریخچه فناوری نانو

چهل سال پیش ریچارد فیمن<sup>۱</sup> متخصص کوانتوم نظری و دارنده جایزه نوبل در سخنرانی معروف خود در سال ۱۹۵۹ (با عنوان: آن پایین فضای بسیاری هست)، به بررسی بعد رشد نیافته علم مواد پرداخت. وی در آن زمان اظهار داشت اصول فیزیک، تا آنجایی که من توانایی فهمش را دارم، بر خلاف امکان ساختن اتم

---

<sup>۱</sup> Richard Fimen

به اتم حرفی نمی‌زند. او فرض را بر این قرار داد که اگر دانشمندان فرا گرفته‌اند که چگونه ترانزیستورها و دیگر سازه‌ها را با مقیاس‌های کوچک بسازند، پس خواهیم توانست که آنها را کوچک و کوچک‌تر نماییم. در واقع آنها به مرزهای حقیقی‌شان در لبه‌های نامعلوم کوانتوم نزدیک خواهند بود به طوری که یک اتم را در مقابل دیگری به گونه‌ای قرار دهیم که بتوانیم کوچکترین محصول مصنوعی و ساختگی ممکن را ایجاد نماییم. واژه فناوری نانو اولین بار توسط نوریوتا ینگوچی<sup>۲</sup> استاد علوم دانشگاه توکیو مطرح شد. او این واژه را برای توصیف ساخت مواد (وسایل) دقیقی که تلورانس ابعادی آنها در حد نانومتر می‌باشد، به کار برد.

### ۱-۱-۲- کاربردهای فناوری نانو

علوم و فناوری نانو، عنصری اساسی در درک بهتر طبیعت در دهه‌های آتی خواهد بود. از جمله موارد مهم در آینده می‌تواند همکاری‌های تحقیقاتی میان رشته‌ای، آموزش خاص به افراد و انتقال ایده‌ها به صنعت باشند. امکان سنتز بلوک‌های ساختمانی نانو با اندازه و ترکیب به دقت کنترل شده و سپس چیدن آنها در ساختارهای بزرگتر، که دارای خواص و کارکرد منحصر به فرد می‌باشند، یک انقلاب عظیم در مواد و فرآیندهای تولید آنها ایجاد می‌کند. محققین قادر به ایجاد ساختارهایی از مواد خواهند شد که در طبیعت نبوده و شیمی مرسوم نیز قادر به ایجادشان نبوده است. از جمله مزایای نانوساختارها می‌توان به ساخت مواد سبک‌تر، سخت‌تر و قابل برنامه‌ریزی، کاهش هزینه عمر کاری از طریق کاهش دفعات نقص فنی، ابزارهایی نوین بر پایه اصول و معماری جدید و بکارگیری کارخانجات مولکولی یا خوشه‌ای که مزیت مونتاژ مواد در سطح نانو را دارند، اشاره کرد. از مهمترین کاربردهای فناوری نانو می‌توان مباحثی مانند پزشکی و

<sup>2</sup> Noruta Yangochi

داروسازی، دوام‌پذیری منابع، هوا و فضا، امنیت ملی، ساخت مواد و ابزارهای علمی با کاربردپذیری بدیع در زمینه‌های مختلف علمی و کاهش تولید آلاینده‌ها در فرایندهای تولید صنعتی را نام برد.

### ۱-۱-۳- فناوری نانو و شیمی

با استفاده از فناوری نانو می‌توان کاتالیزورهای با نسبت سطح به حجم بسیار بالا تولید کرد و راندمان را در واحدهای شیمیایی به میزان بسیار زیادی افزایش داد. همچنین سلول‌های خورشیدی کوانتومی با استفاده از هیدروژن به عنوان سوخت تمیز، نسل جدید باتری‌ها، پوشش‌های بسیار مقاوم، رنگ‌های بی‌نیاز از شستشو و تحولات خارق‌العاده دیگر در دنیای شیمی، از دیگر کاربردهای فناوری نانو می‌باشند که قابلیت ایجاد تحول را در نحوه زندگی انسان خواهد داشت. کوچکی ابعاد مواد نانو باعث نسبت سطح به حجم بالا می‌گردد و با غایت به این که سطح بیشتر، امکان برهمکنش بیشتر را فراهم می‌کند، اخیراً استفاده از مواد نانو به عنوان جاذب در استخراج با فاز جامد، مرکز توجه بسیاری از شیمیدان‌های تجزیه‌ای شده است.

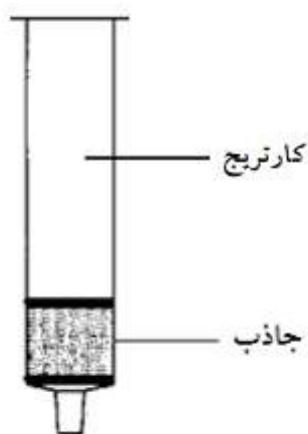
### ۱-۲- استخراج با فاز جامد (SPE)<sup>۳</sup>

این روش برای اولین بار در سال ۱۹۵۰ برای آنالیت‌های آلی در آب ارائه شد که گیراندازی آنها بر روی انواع کربن‌ها به عنوان جاذب و شویش با حلال‌های آلی انجام می‌شد. استخراج با فاز جامد همانند استخراج مایع-مایع می‌باشد با این تفاوت که در این روش یک جامد نقش عامل جداکننده را دارد. استفاده از ستون‌های تجارتي در استخراج با فاز جامد در سال ۱۹۷۰ مطرح شد. استخراج با فاز جامد یکی از روش‌های ارزان قیمت و در عین حال آسان می‌باشد. امروزه ستون‌های جدیدی با سادگی بالا برای

<sup>3</sup> Solid phase extraction



جداسازی و پیش تغلیظ گونه‌های ویژه ساخته شده‌اند و استفاده از این روش روندی روبه رشد و موفقیت آمیزی را داشته است [۶-۱]. شمای یکی از کارتریج‌های نوعی مربوط به استخراج با فاز جامد در شکل ۱-۱ آورده شده است.



شکل ۱-۱: شمایی از یک کارتریج نوعی مربوط به استخراج با فاز جامد.

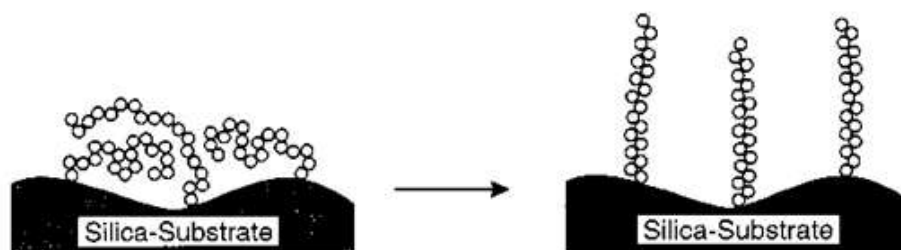
## ۱-۲-۱- مراحل انجام استخراج با فاز جامد

### ۱-۱-۲-۱- مرحله‌ی آماده‌سازی<sup>۴</sup>

در این مرحله دو کار باید انجام بگیرد به این صورت که: الف) ابتدا سلواته شدن عوامل فعال سطحی جاذب، قبل از عبور نمونه از ستون صورت می‌گیرد. برای انجام عمل بازداری بهتر و تماس کامل بین ذرات فاز جامد و مایع، جاذب داخل ستون نباید خشک باشد مثلاً در ستون‌های حاوی فازهای پیوند خورده، زنجیرهای هیدروکربنی روی سطح سیلیکا به صورت خمیده قرار می‌گیرند و این ستون‌ها نمی‌توانند به صورت خشک مورد استفاده قرار بگیرند (شکل ۱-۲). ب) ستون با حلال بافت نمونه شستشو داده می‌شود تا

<sup>4</sup> Conditioning

مقدار اضافی حلال بکار رفته در مرحله الف حذف گردد. در این مرحله معمولاً از آب استفاده می‌گردد و می‌بایست در انتهای این مرحله فاز جامد خشک نگردد.



شکل ۱-۲: فعالسازی فاز  $C_{18}$  توسط حلال  $n$ -هگزان.

#### ۱-۲-۱-۲- مرحله‌ی جذب آنالیت بر روی فاز جامد<sup>۵</sup>

در این مرحله آنالیت را به طور پیوسته و با یک سرعت معین، از داخل فاز جامد عبور می‌دهند. در این مرحله بایستی با کنترل شرایط بیشترین بازداری آنالیت بر سطح جاذب حصول گردد.

#### ۱-۲-۱-۳- مرحله‌ی شویش<sup>۶</sup>

در این مرحله باید از حلالی استفاده شود که فقط خود آنالیت را نشوید و برای حذف مزاحم‌های جذب شده به همراه آنالیت در جاذب، استفاده می‌شود. در مواردی که باید داخل ستون کمپلکس تشکیل شود برای ابقای کمپلکس عمل پاکسازی با محلول رقیق عامل شلات کننده صورت می‌گیرد. در اینجا نیاز به کنترل pH می‌باشد برای مثال، اگر بارگذاری آنالیتی در حالت قلیایی صورت گیرد محلول شوینده باید دارای محیط اسیدی باشد.

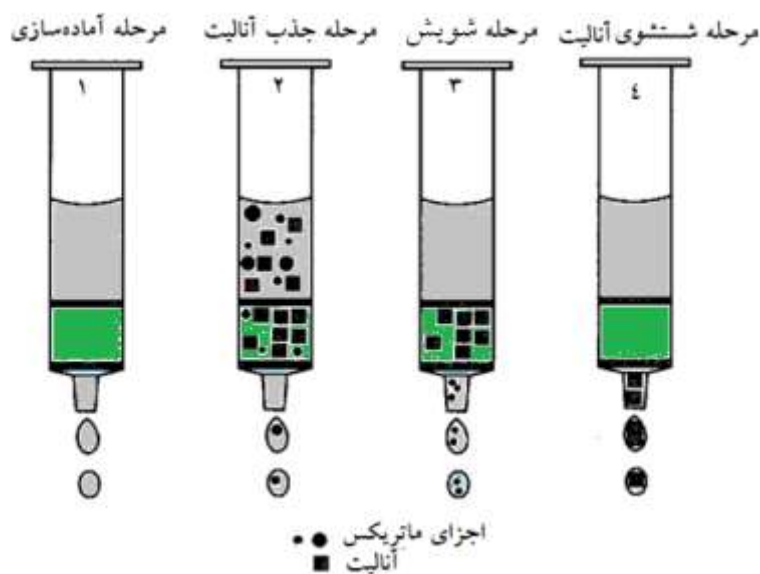
<sup>5</sup> Loading

<sup>6</sup> Washing

### ۱-۲-۱-۴- مرحله‌ی شویش آنالیت جذب شده<sup>۷</sup>

در این مرحله به کمک یک حلال مناسب، ذرات آنالیت را از ستون شویش می‌دهند. بسته به نوع جاذب، نوع آنالیت، خاصیت فیزیکوشیمیایی آنالیت و جاذب، برای هر آنالیت خاص از یک حلال ویژه استفاده می‌شود. شرایط باید طوری انتخاب شود که با کمترین حجم حلال و در کمترین زمان لازم بیشترین مقدار آنالیت شویش شود [۷].

شایان ذکر است که در روش استخراج با فاز جامد، در هرکدام از مراحل فوق آنالیت جذب ستون شده را در سرعت معینی با استفاده از پمپ هوا شستشو می‌دهند. شکل ۱-۳ مراحل چندگانه استخراج با فاز جامد را نشان می‌دهد.



شکل ۱-۳: مراحل چندگانه استخراج با فاز جامد.

<sup>7</sup> Elution

### ۱-۲-۲- عوامل موثر در استخراج با فاز جامد

در استخراج با فاز جامد برای جذب کامل آنالیت توسط ستون، چندین متغیر تجربی موثر در سیستم استخراج باید مورد بررسی و بهینه گردند که در این بین می‌توان به سرعت عبور محلول از ستون، نوع حلال شویشی، pH نمونه و حجم جذب و واجذبی نمونه اشاره کرد.

#### ۱-۲-۲-۱- سرعت عبور محلول از ستون

بهینه‌سازی سرعت عبور نمونه فاکتوری مهم است چرا که در سرعت‌های بیشتر از حالت بهینه، به دلیل کمتر شدن امکان برهمکنش آنالیت با جاذب، بازده استخراج و جداسازی کمتر از حد انتظار خواهد بود و نیز در سرعت‌های بسیار کم، زمان انجام آزمایشات زیاد می‌شود، لذا امکان انجام تعداد کمتری از آزمایشات در بازه زمانی معین فراهم می‌شود.

#### ۱-۲-۲-۱- نوع حلال شویشی

انتخاب نوع حلال شویشی به جنس فاز جامد و نوع آنالیت و خواص شیمیایی آن‌ها بستگی دارد و بهترین حلال شویشی طوری باید انتخاب شود که کمترین برهمکنش را با فاز جامد داشته و قادر به شستشوی کامل آنالیت از ستون باشد.